

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-172862
 (43)Date of publication of application : 04.08.1986

(61)Int.Cl.
 C07C 69/96
 C07C 68/06
 // B01J 31/04

(21)Application number : 60-013499 (71)Applicant : DAICEL CHEM IND LTD
 (22)Date of filing : 29.03.1985 (72)Inventor : HARANO YOSHIYUKI

(54) PRODUCTION OF DIPHENYL CARBONATE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a compound useful as a raw material for synthesizing a polycarbonate in high quality easily without fear of coloring by reacting a dialkyl carbonate with phenol in the presence of an ester exchange reaction catalyst consisting essentially of ferric acetate.

CONSTITUTION: A dialkyl carbonate shown by the formula (R-O)2-C=O (R is 1W10C alkyl) is reacted with phenol in the presence of an ester exchange reaction catalyst consisting essentially of ferric acetate at 100W200° C, preferably at 150W250° C to give the aimed diphenyl carbonate. A molar ratio of the dialkyl carbonate and phenol is preferably 1:1W1:10, and the amount of the catalyst used is 0.001W10mol/l, preferably 0.01W0.1mol/l based on the whole reaction mixture.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

◎ 三 楼 集 市 行 (1933)

◎ 精英指掌全圖

◎ 公開特許公報 (A) 1961-172852

②Int. Cl.:
C 07 C 69/98
68/98
C 01 C 31/98

識別記号 市内整理番号
Z-2055-45

◎ 公報 1983年(昭和58年)第4号

7158-4G 索引請求 索引本 発明の数 1 (金) 1

◎発明の名前　　皮輪ジフェニルの製造方法

◎特 輯 昭60-13499
◎出 輯 昭60(1985)1月29日

◎発表者 原野嘉行 姫路市余部区上余部580番地
◎出展人 ダイセル化学工業株式会社 姫路市鉄砲町1番地
金井

22 23 24

卷之三

第十一章 中国古典文学名著与研究方法

卷之三

第三章 管理者与组织

卷之三十一

以上の説明は教義がアーチストの表現である點を強調するもので、アーチストをアーティストではなくアーチストと呼ぶ事は、表現する事そのものの強調である。アーティストを強調する方法が強調するものであり、教義がアーティストはがむかうがむかうの各要素として使用される立場的な特徴は重要である。

卷之三

炭酸ガスを含む水蒸氣と交換する溶液
を含むので液温される日本アルミニウムの液温系が
ついては多くの研究がなされ多くの液温系が
開発されているがその中をみると液温の原理
は主として單純な成物の液温法という液温
法がある。これ等の中で工業的に実用的であるのは鉛錫 5% - 13.3% の鉛錫とれ
ているチタン化合物であり液温法は、液温系
の頭で錫れた成物が液温である。しかしながら、チタン化合物から液温を液温する場合、これらが液温用物質は必ずしも水
- 水銀温度の液温で錫に付けてから液温する
。又液温 5% - 13.3% 行はれ
かる、液行命令を液温とする場合を液温のチ
タニウム化合物と液温を液温法。液温を液温
するが液温を液温する。上記と液温を液温の
液温を液温するが液温を液温して。この液温が液
温する。上記と液温を液温するが液温する。

(発明の目的)

従つて本発明の目的は前述のチタン化合物や錳化合物と同様の反応活性及び還元性を有しかつ最終目的物の溶出を起こさない触媒を提供する事にある。

(発明の構成)

然も本発明は反応ゾーンをカルボン酸をフェノールでエスター化反応がなる事により、炭酸ガスを脱離する方法において前記第2段を主体とするエスター化反応反応触媒を使用する事により該點欠点なしに炭酸ガスの脱離を容易にならしめる。

本発明の方法に於いて好ましい炭酸ガスカルボン酸は固形に

(R-O)-CO₂ (式中RはC₁～C₄-アルキル基である)……(1)
相当するアルキル基であり、炭酸ガスカルボン酸のエチル、炭酸ガスカルボン酸、炭酸ガスカルボン酸、炭酸ガスカルボン酸、炭酸ガスカルボン酸である。

や錳化合物を触媒として用いた場合とは錳等の反応活性及び還元性で炭酸ガスカルボン酸を脱離する事が出来、かつ錳化合物を触媒として用いた場合に発生する炭酸ガスカルボン酸とほぼ同じ様の熱反応を有する不純物の生成が少なくまたカルボネートの原料として優れた品質の炭酸ガスカルボン酸を容易に脱離する事が出来る。

(実験例)

実験例 1

2.0gのチタンオクタヒドロカーボン酸ナトリウム2.0mEq、炭酸ガスカルボン酸2.0mEq、ペルオキシド2.0mEq、前記第2段0.05gを供給した後反応蒸留を行なった。蒸留器より生成するメタノールとベンゼンをハッカ油に留出しながらも3時間反応蒸留を行施した。

この間の発下部の恒温度は160℃～185℃で変化した。蒸留を停止した後残渣物中にメタノール・フェノールカルボネート1.4g、炭酸カルボネート、炭酸ガスカルボン酸2.0重量パーセント、炭酸ガスカルボン酸2.0重量パーセント、炭酸ガスカルボン酸2.0重量パーセント、

炭酸ガスカルボン酸とフェノールの比率は任意の比率で得られる事が可能であるが好ましくはカルボン酸2.0mEqで行なう。錳酸カルボン酸とフェノールのエスター化反応反応は通常中温反応であり反応をより進行させる目的で生成物の1部例えば生成するフェノールを強烈的あるいはハッカ油に移すしながら実施する。反応温度は通常160℃～185℃で好ましくは170℃～185℃で実施され、供給原料及びその組成、反応経過等により決定される。

本発明で使用する鉱酸カルボン酸等とする触媒はその酸活性にもとるが通常少量のMn²⁺、Mn³⁺、Mn⁴⁺等を含蓄している。触媒は通常金属複合化合物に対して0.05～1.0mEq/L、好ましくは0.1～0.5mEq/Lを添加する。

(発明の効果)

本発明体炭酸ガスカルボン酸のエスター化反応触媒として前記第2段を主体とする触媒を用いる事によりチタン化合物

ト、炭酸ガスカルボン酸とほぼ同じ様点を有する不純物0.1重量パーセントが含まれていない。

比較例 1

触媒としてカルボン酸カルボネートをサイドアロマ系を用いて実験例1と同様の反応蒸留を行なった。蒸留停止後の残渣物中にはメタノール・フェノールカルボネート1.6重量パーセント、炭酸ガスカルボン酸2.0重量パーセント、炭酸ガスカルボン酸2.0重量パーセント、炭酸ガスカルボン酸2.0重量パーセント、炭酸ガスカルボン酸2.0重量パーセントが含まれており実験例1と比較し約6倍の好ましくない不純物が生成している。

比較例 2

触媒としてオクタヒドロカーボン酸ナトリウムを用いて実験例1と同様の反応蒸留を行なった。蒸留停止後の残渣物中にはメタノール・フェノールカルボネート1.2重量パーセント、炭酸ガスカルボン酸2.0重量パーセント、炭酸ガスカルボン酸2.0重量パーセント、炭酸ガスカルボン酸2.0重量パーセント、

アタック²と露量パーセントが含まれていた。

実験例 2

2.0 段ガラス管オーバルダーピング管の街に
カクナード²を $0.05\text{m}\text{ol}$ 、脱酸ガラスチル²を $0.05\text{m}\text{ol}$ 、鉄
酸化物を鉄^{0.02\text{m}\text{ol}}、バウマント²を抽出
反応装置を行なった。露量より生成したメタ
ノールとメタゼンの共沸物をハッチャ的に留出
しながら 2.4 時間反応装置を実験した。留出
した露量のパンクしたペニギア²をハッチャ的に留す後
留出された露量装置の露度は 1.96% から
1.99% の間で変化した。加熱停止後の装置
中にはメタノールカルガード²がメタノール
露量パーカント、脱酸ガラスチル²が露量パ
ーカント、脱酸ガラスチル²が露量パ
ーカント、脱酸ガラスチル²が露量パ
ーカントを含む露量装置を行なった。

実験例 3

2.0 段オーバルダーピング管の街にカクナード²
を $0.05\text{m}\text{ol}$ 、脱酸ガラスチル²を $0.05\text{m}\text{ol}$ 、鉄
酸化物を鉄^{0.03\text{m}\text{ol}}を行なう露量装置を行なった。

露量より生成したメタノールをハッチャ的に
留出しながら 3.0 時間反応装置を実験した。
この露量装置の露度は 1.96% から 1.97%
で変化した。加熱停止後の装置中にはメタ
ノールカルガード²がメタノール露量パ
ーカント、脱酸ガラスチル²が露量パ
ーカント、脱酸ガラスチル²が露量パ
ーカント、脱酸ガラスチル²が露量パ
ーカントを含む露量装置を行なった。

特許出願人 ダイキル化成工業株式会社

特許請求範囲(請求)

昭和 61 年 3 月 31 日

特許庁検査 千葉総務課

1. 事件の表示

昭和 60 年特許請求 13489 号

2. 発明の名称

脱酸ガラスチルの製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

姓 姓 大阪府堺市新豊町 3 番地

名 称 (株) ダイキル化成工業株式会社

代表者 久保田 義文

4. 補正の対象

特許請求の特許請求の範囲の誤り及び発明の詳細を説明の誤り

5. 補正の内容

誤りにより訂正

「特許請求の範囲」を「一般式 ($R = 0$) , - C
= 0 (或半R は $C_1 \sim C_2$ のアセキル基である) で示
される脱酸ガラスチルをフェノールでエステル交
換反応するとこれより脱酸ガラスチルを製造する
方法において、脱酸ガラスチルを主体とするエステル
交換反応触媒を使用することを特徴とする脱酸ガ
ラスチルの製造方法。」とする。

発明の詳細を説明の誤り訂正から行の
「($R = 0$) , - C = 0 (或半R は $C_1 \sim C_2$)」を
「($R = 0$) , - C = 0 (或半R は $C_1 \sim C_2$ の)」に訂
正する。

請求下から 1 行の「アセキル基」を「脱酸ガラ
スチル」に訂正する。

